

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-319319

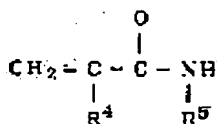
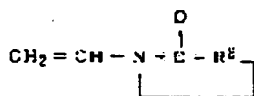
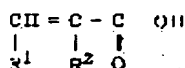
(43)Date of publication of application : 03.12.1996

(51)Int.Cl. C08F220/06
C08F220/06
C08F220/06
C08F220/12
C08F220/12
C08F220/56
C08F226/06
C09K 3/00

(21)Application number : 07-126864 (71)Applicant : OSAKA ORGANIC CHEM IND LTD

(22)Date of filing : 25.05.1995 (72)Inventor : OKUDA NAOHIRO

(54) GEL BASE



(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a gel base useful for cosmetics, pharmaceuticals, etc., by copolymerizing a carboxyl-containing monomer, a free radical-polymerizable lactam monomer, a cross-linking monomer and a free radical-polymerizable (meth)acrylic acid derivative monomer.

CONSTITUTION: This gel base is produced by copolymerizing the copolymer components consisting of (A) 5-90wt.% of a carboxyl-containing monomer of formula I (R¹ is H, methyl or carboxyl; R² is H, methyl or carboxymethylene) [preferably (meth)acrylic acid], (B) ≤90wt.% of a free

radical-polymerizable lactam monomer of formula II (R³ is 3-5C alkylene) (preferably n-vinylpyrrolidone), (C) 0.1-10wt.% of a cross-linking monomer and (D) 1-50wt.% of a

free radical-polymerizable (meth)acrylic acid derivative monomer [preferably a (methacrylamide monomer, etc., of formula III (R4 is H or methyl; R5 is H, a 1-18C straight or branched alkyl, etc.)].

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 07.03.2002

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3625893

[Date of registration] 10.12.2004

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-319319

(43) 公開日 平成8年(1996)12月3日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 F 220/06	ML R	8619-4 J	C 0 8 F 220/06	ML R
	ML S	8619-4 J		ML S
	ML U	8619-4 J		ML U
220/12	MMB		220/12	MMB
	MME			MME

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 12 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平7-126864

(22) 出願日 平成7年(1995)5月25日

(71) 出願人 000205638

大阪有機化学工業株式会社

大阪府大阪市中央区安土町1丁目7番20号

(72) 発明者 奥田 尚宏

大阪府柏原市片山町18番8号 大阪有機化

学工業株式会社柏原工場内

(74) 代理人 弁理士 朝日奈 宗太 (外1名)

(54) 【発明の名称】 ゲル基剤

(57) 【要約】

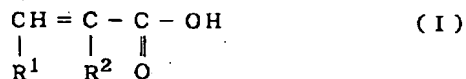
【目的】 乾燥前にベタツキを起こさず、乾燥後に形成されたフィルムがフレーキングを発生しないのみならず、適度な粘度を有し、手ざわりがなめらかで、セットが行ないやすく、セットの仕上がりにすぐれ、乾燥後に形成されたフィルムが光沢にすぐれ、濁りがない整髪料などをうるために好適に使用しうるゲル基剤を提供すること。

【構成】 カルボキシル基含有モノマー5～90重量%、ラジカル重合性ラクタムモノマー5～90重量%、架橋性モノマー0.1～10重量%およびラジカル重合性(メタ)アクリル酸誘導体モノマー1～50重量%からなる共重合成分を共重合させてなる共重合体からなるゲル基剤。

【特許請求の範囲】

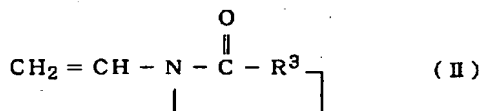
【請求項1】 (A) 一般式 (I) :

【化1】



(式中、R¹は水素原子、メチル基またはカルボキシル基、R²は水素原子、メチル基またはカルボキシメチレン基を示す) で表わされるカルボキシル基含有モノマー5~90重量%、(B) 一般式 (II) :

【化2】



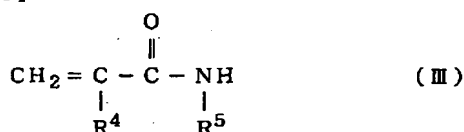
(式中、R³は炭素数3~5のアルキレン基を示す) で表わされるラジカル重合性ラクタムモノマー5~90重量%、(C) 架橋性モノマー0.1~10重量%および(D) ラジカル重合性(メタ) アクリル酸誘導体モノマー1~50重量%からなる共重成分を共重合させてなる共重合体からなるゲル基剤。

【請求項2】 カルボキシル基含有モノマーがアクリル酸およびメタクリル酸の少なくとも1種を含有したものである請求項1記載のゲル基剤。

【請求項3】 ラジカル重合性ラクタムモノマーがN-ビニルピロリドンである請求項1または2記載のゲル基剤。

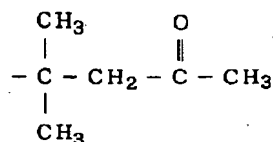
【請求項4】 ラジカル重合性(メタ) アクリル酸誘導体モノマーが一般式 (III) :

【化3】



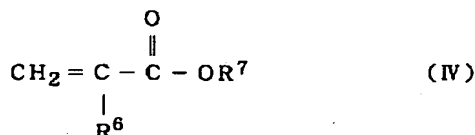
(式中、R⁴は水素原子またはメチル基、R⁵は水素原子、炭素数1~18の直鎖状もしくは分岐状のアルキル基または式:

【化4】



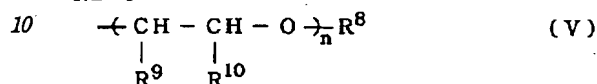
で表わされる基を示す) で表わされる(メタ) アクリルアミドモノマーおよび一般式 (IV) :

【化5】



(式中、R⁶は水素原子またはメチル基、R⁷は炭素数1~18の直鎖状、環状もしくは分岐状のアルキル基または一般式 (V) :

【化6】



(式中、R⁸は水素原子、炭素数1~8の直鎖状、環状もしくは分岐状のアルキル基またはアリール基、R⁹およびR¹⁰はそれぞれ独立して水素原子またはメチル基、nは1~30の整数を示す) で表わされる基を示す) で表わされる(メタ) アクリレートモノマーの少なくとも1種を含有したものである請求項1、2または3記載のゲル基剤。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、ゲル基剤に関する。さらに詳しくは、化粧品や医薬品などに好適に使用しうるゲル基剤に関する。

【0002】

【従来の技術】 従来、ゲル基剤は、化粧品や医薬品などの粘度を調節したり、えられる製品の品質の安定性を保つために用いられている。

【0003】

かかるゲル基剤のなかで、アクリル酸やメタクリル酸を主体としたゲル基剤としては、カルボキシル基をポリマー鎖に有するポリアクリル酸架橋ポリマーのカルボキシル基の一部または全部を、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、アミン類などで中和させることによってえられた、ポリアクリル酸架橋ポリマーのアルカリ中和塩からなるゲル基剤が提案されており(特公昭32-4141号公報、特開昭51-46586号公報)、たとえばセツト樹脂であるノニオン性、両性またはアニオン性の水溶性高分子化合物を添加することにより、ジェルなどの整髪料として用いられている。

【0004】 しかしながら、前記ゲル基剤が用いられた整髪料を毛髪に塗布した際には、乾燥前には、ベタツキを起こすという問題があり、また乾燥後には、毛髪上に形成されたフィルムが剥離する現象、すなわちフレーキング現象を発生するという問題がある。したがって、かかるゲル基剤の用途には大きな制限があった。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、前記従来技術に鑑みてなされたものであり、毛髪や皮膚などに塗布したばあいに、乾燥前にベタツキを起こさず、乾燥後に形成されたフィルムがフレーキング現象を発生しないの

3

みならず、水性ゲルとしたときには2500~3000 cP (25℃) 程度の適度な粘度を有し、手ざわりがなめらかで、セットが行ないやすく、セットの仕上がりにすぐれ、乾燥後に形成されたフィルムが光沢にすぐれ、濁りがない整髪料などをうるために好適に使用しうるゲル基剤を提供することを目的とするものである。

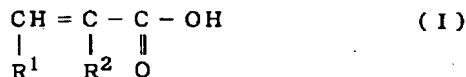
【0006】

【課題を解決するための手段】すなわち、本発明は、

(A) 一般式 (I) :

【0007】

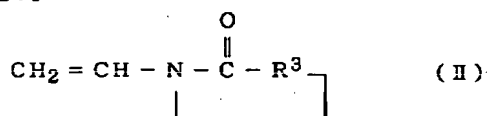
【化7】



【0008】(式中、R¹は水素原子、メチル基またはカルボキシ基、R²は水素原子、メチル基またはカルボキシメチレン基を示す) で表わされるカルボキシ基含有モノマー5~90重量%、(B) 一般式 (II) :

【0009】

【化8】



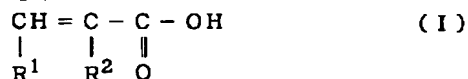
【0010】(式中、R³は炭素数3~5のアルキレン基を示す) で表わされるラジカル重合性ラクタムモノマー5~90重量%、(C) 架橋性モノマー0.1~10重量%および(D) ラジカル重合性(メタ) アクリル酸誘導体モノマー1~50重量%からなる共重合成分を共重合させてなる共重合体からなるゲル基剤に関する。

【0011】

【作用および実施例】本発明のゲル基剤は、前記したように、(A) 一般式 (I) :

【0012】

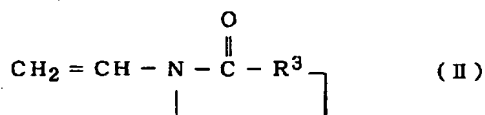
【化9】



【0013】(式中、R¹は水素原子、メチル基またはカルボキシ基、R²は水素原子、メチル基またはカルボキシメチレン基を示す) で表わされるカルボキシ基含有モノマー5~90重量%、(B) 一般式 (II) :

【0014】

【化10】



【0015】(式中、R³は炭素数3~5のアルキレン基を示す) で表わされるラジカル重合性ラクタムモノ

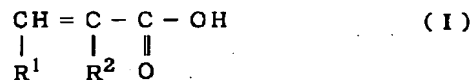
4

ー5~90重量%、(C) 架橋性モノマー0.1~10重量%および(D) ラジカル重合性(メタ) アクリル酸誘導体モノマー1~50重量%からなる共重合成分を共重合させてなる共重合体からなるものである。

【0016】前記カルボキシ基含有モノマーは、一般式 (I) :

【0017】

【化11】



【0018】(式中、R¹は水素原子、メチル基またはカルボキシ基、R²は水素原子、メチル基またはカルボキシメチレン基を示す) で表わされるものであり、1分子中にラジカル重合性の炭素-炭素二重結合およびカルボキシ基を有するものである。

【0019】前記カルボキシ基含有モノマーは、本発明のゲル基剤を用いて調製された水性ゲルに高い粘度を付与する性質を有する成分である。

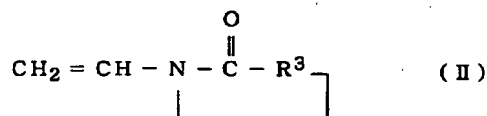
【0020】前記カルボキシ基含有モノマーの代表例としては、たとえばアクリル酸、メタクリル酸、イタコン酸、クロトン酸、フマル酸などがあげられ、これらのカルボン酸モノマーは、単独でまたは2種以上を混合して用いられる。これらのカルボキシ基含有モノマーのなかでは、他の共重合成分との反応性が高いことから、アクリル酸およびメタクリル酸が好適に用いられる。

【0021】前記共重合成分中のカルボキシ基含有モノマーの割合は、あまりにも少ないばあいには、ゲル基剤の水分散性が低下し、また、共重合体を中和させればあいいには、中和された共重合体中のカルボキシアニオンの量が少なくなり、かかるカルボキシアニオン同士の反応が少なくなることから、水性ゲルに十分な粘度が付与されなくなるようになるので、5重量%以上、好ましくは15重量%以上、さらに好ましくは25重量%以上となるように調整される。また、前記共重合成分中のカルボキシ基含有モノマーの割合は、あまりにも多いばあいには、ゲル基剤を用いて形成されたフィルムがフレーキングを発生するようになるので、90重量%以下、好ましくは80重量%以下、さらに好ましくは70重量%以下となるように調整される。

【0022】前記ラジカル重合性ラクタムモノマー(以下、ラクタムモノマーという)は、一般式 (II) :

【0023】

【化12】



【0024】(式中、R³は炭素数3~5のアルキレン

5

基を示す)で表わされるものであり、1分子中にラジカル重合性の炭素-炭素二重結合およびラクタム基を有するものである。

【0025】前記ラクタムモノマーは、本発明のゲル基剤を用いて形成されたフィルムと、毛髪との密着性を向上させるのみならず、フレーキングの発生を抑制させ、該フィルムに柔軟性、光沢およびなめらかさを付与する性質を有する成分である。また、前記ラクタムモノマーは、前記ゲル基剤と、整髪料をうる際に好適に用いられるセツ樹脂などの油性基剤との相溶性を向上さ

せるという性質も有する。

【0026】前記ラクタムモノマーの代表例としては、たとえばN-ビニルピロリドン、N-ビニルカプロラクタムなどがあげられ、これらのラクタムモノマーは単独または2種以上を混合して用いられる。

【0027】前記共重成分中のラクタムモノマーの割合は、あまりにも少ないばあいには、前記ゲル基剤を用いて形成されたフィルムと皮膚や毛髪との密着性が低下したり、かかるフィルムの柔軟性が低下してフレーキングが発生するようになるので、5重量%以上、好ましくは10重量%以上、さらに好ましくは15重量%以上となるように調整される。また、前記共重成分中のラクタムモノマーの割合は、あまりにも多いばあいには、前記共重成分の重合反応の際に、前記ラクタムモノマーと前記架橋性モノマーとの反応が優先的に進行するため、ゲル基剤からえられる水性ゲルに濁りが多く発生する傾向があるのみならず、共重成分中の前記カルボキシル基含有モノマーの割合が小さくなり、前記ゲル基剤の水分散性が低下したり、えられる水性ゲルに粘性が十分に付与されなくなるようになるので、90重量%以下、好ましくは80重量%以下、さらに好ましくは50重量%以下となるように調整される。

【0028】前記架橋性モノマーは、1分子中にラジカル重合性の炭素-炭素二重結合を2以上有するものであり、前記共重成分を架橋させ、たとえば本発明のゲル基剤を用いて調製された水性ゲルを増粘させる性質を有する成分である。

【0029】前記架橋性モノマーの代表例としては、たとえばエチレングリコールジ(メタ)アクリレート、ポリエチレングリコール(n=2~30)ジ(メタ)アクリレート、プロピレングリコールジ(メタ)アクリレート、ポリプロピレングリコール(n=2~30)ジ(メタ)アクリレート、トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート、ペンタエリスリトールトリ(メタ)アクリレート、メチレンビス(メタ)アクリルアミド、ジビニルベンゼン、フタル酸ジアリル、ヘキサヒドロフタル酸ジアリル、エチレングリコールジビニルエーテル、ポリエチレングリコール(n=2~30)ジビニルエーテルなどがあげられ、これらの架橋性モノマーは単独または2種以上を混合して用いられる。

6

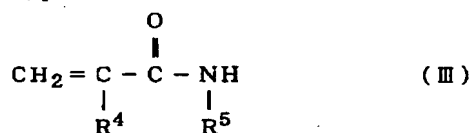
【0030】前記共重成分中の架橋性モノマーの割合は、あまりにも少ないばあいには、前記ゲル基剤の架橋度が小さくなりすぎ、たとえば該ゲル基剤からえられる水性ゲルの粘度が低下するようになるので、0.1重量%以上、好ましくは1重量%以上、さらに好ましくは2重量%以上となるように調整される。また、前記共重成分中の架橋性モノマーの割合は、あまりにも多いばあいには、ゲル基剤の水分散性が低下し、該ゲル基剤からえられる水性ゲルに濁りが生じるようになるので、10重量%以下、好ましくは8重量%以下、さらに好ましくは5重量%以下となるように調整される。

【0031】前記ラジカル重合性(メタ)アクリル酸誘導体モノマー(以下、(メタ)アクリル酸誘導体モノマーという)は、前記ゲル基剤を用いて形成されたフィルムに透明性を付与するのみならず、たとえば前記ゲル基剤の水分散性を向上させたり、整髪料をうる際に水性ゲルに添加されるセツ樹脂の水分散性を向上させる性質を有する成分である。

【0032】前記(メタ)アクリル酸誘導体モノマーの代表例としては、たとえば一般式(III)：

【0033】

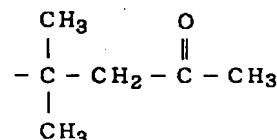
【化13】



【0034】(式中、R⁴は水素原子またはメチル基、R⁵は水素原子、炭素数1~18の直鎖状もしくは分岐状のアルキル基または式：

【0035】

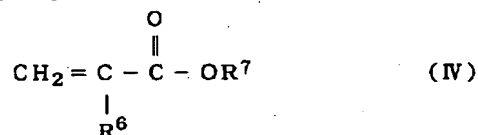
【化14】



【0036】で表わされる基を示す)で表わされる(メタ)アクリルアミドモノマー、一般式(IV)：

【0037】

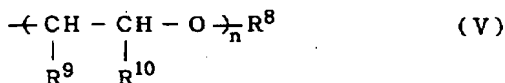
【化15】



【0038】(式中、R⁶は水素原子またはメチル基、R⁷は炭素数1~18の直鎖状、環状もしくは分岐状のアルキル基または一般式(V)：

【0039】

【化16】



【0040】(式中、R⁸は水素原子、炭素数1~8の直鎖状、環状もしくは分岐状のアルキル基またはアリー

ル基、R⁹およびR¹⁰はそれぞれ独立して水素原子またはメチル基、nは1~30の整数を示す)で表わされる基を示す)で表わされる(メタ)アクリレートモノマーなどがあげられる。

【0041】前記一般式(III)で表わされる(メタ)アクリルアミドモノマーの具体例としては、たとえばN-エチル(メタ)アクリルアミド、N-*t*-ブチル(メタ)アクリルアミド、N-*n*-オクチル(メタ)アクリルアミド、N-*t*-オクチル(メタ)アクリルアミド、N-デシル(メタ)アクリルアミド、N-ドデシル(メタ)アクリルアミドなどのアルキル(メタ)アクリルアミドモノマー、ジアセトン(メタ)アクリルアミドなどのケトン(メタ)アクリルアミドモノマーなどがあげられる。

【0042】前記一般式(IV)で表わされる(メタ)アクリレートモノマーの具体例としては、たとえばメチル(メタ)アクリレート、エチル(メタ)アクリレート、プロピル(メタ)アクリレート、ブチル(メタ)アクリレート、ペンチル(メタ)アクリレート、ヘキシル(メタ)アクリレート、オクチル(メタ)アクリレート、デシル(メタ)アクリレート、ラウリル(メタ)アクリレート、トリデシル(メタ)アクリレート、ステアリル(メタ)アクリレートなどのアルキル(メタ)アクリレート；ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート、ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレートなどのヒドロキシア

ルキル(メタ)アクリレート；メトキシエチレングリコール(メタ)アクリレート、プロピレングリコールモノ(メタ)アクリレート、メトキシプロピレングリコール(メタ)アクリレート、フェノキシエチレングリコール(メタ)アクリレートなどのオキシアルキレン(メタ)アクリレート；ポリエチレングリコール(n=2~30)モノ(メタ)アクリレート、メトキシポリエチレングリコール(n=2~30)(メタ)アクリレート、ポリプロピレングリコール(n=2~30)モノ(メタ)アクリレート、メトキシポリプロピレングリコール(n=2~30)(メタ)アクリレート、フェノキシポリエチレングリコール(n=2~30)(メタ)アクリレートなどのポリオキシアルキレン(メタ)アクリレートなどがあげられる。

【0043】前記(メタ)アクリル酸誘導体モノマーは単独でまたは2種以上を混合して用いられる。これらの(メタ)アクリル酸誘導体モノマーのなかでは、ゲル基剤を用いてえられる整髪料などの、毛髪や皮膚などに対

する密着性を向上させ、さらに、たとえばセツ樹脂などの、化粧料などをうる際にゲル基剤に配合される成分との相溶性をより一層向上させるという点から、前記一般式(III)のR⁸が炭素数1~8の直鎖状または分岐状のアルキル基である(メタ)アクリルアミドモノマーが好ましく、また、ゲル基剤を用いて形成されたフィルムが透明性にすぐれるという点およびかかるフィルムにすぐれた光沢やつやなどを付与するという点から、N-*t*-ブチル(メタ)アクリルアミド、N-*t*-オクチル(メタ)アクリルアミド、ジアセトン(メタ)アクリルアミド、ラウリル(メタ)アクリレート、ステアリル(メタ)アクリレート、ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレート、フェノキシポリエチレングリコール(n=6)(メタ)アクリレートが好ましい。

【0044】前記共重合成成分中の(メタ)アクリル酸誘導体モノマーの割合は、あまりにも少ないばあいには、ゲル基剤を用いて形成されたフィルムに透明性が付与されなくなるようになり、前記ゲル基剤の水分散性が低下したり、セツ樹脂を用いるばあいには、セツ樹脂との相溶性が低下し、濁りが生じるようになるので、1重量%以上、好ましくは1.5重量%以上、さらに好ましくは2重量%以上となるように調整される。また、前記共重合成成分中の(メタ)アクリル酸誘導体モノマーの割合は、あまりにも多いばあいには、ゲル基剤の水分散性が低下したり、えられる水性ゲルに濁りが生じるようになるので、50重量%以下、好ましくは40重量%以下、さらに好ましくは35重量%以下となるように調整される。

【0045】なお、本発明の目的を阻害しない範囲であれば、前記共重合成成分中に、たとえばスチレン、酢酸ビニルなどのビニルモノマーを配合してもよい。

【0046】前記共重合成成分の重合反応は、溶液重合法や塊状重合法により、たとえばチッ素ガスなどの不活性ガス雰囲気下で非水系溶媒中で加温しながら行なうことができる。このように非水系溶媒中で重合反応が行なわれるのは、水系溶媒中で重合を行なうと、前記ラクタムモノマーが分解されやすく、重合反応が効率よく進行しないためである。

【0047】前記非水系溶媒の代表例としては、たとえばメタノール、エタノール、イソプロパノール、アセトン、酢酸エチル、ベンゼン、トルエン、キシレン、*n*-ペンタン、*n*-ヘキサン、*n*-ヘプタン、シクロヘキサンなどがあげられ、これらの非水系溶媒は単独でまたは2種以上を混合して用いられる。

【0048】前記重合反応は、50~100℃の加温下にて行なわれることが好ましく、溶媒を用いたばあいには、一般には反応に用いられる溶媒の還流温度付近で行なわれる。

【0049】反応に際して、重合反応を均一にかつすみやかに進行させ、反応溶液から共重合体を効率よくうる

ためには、重合時の攪拌を良好にするために、攪拌機を有する反応装置を用いることが好ましい。かかる反応装置として一般に用いられている溶液重合用攪拌機を用いるばあいには、前記共重合成分の濃度が30重量%以下、なかんづく20重量%以下となるように前記非水系溶媒で希釈することが好ましい。また、必要に応じて、前記共重合成分を前記溶媒に少しずつ加えてもよく、前記共重合成分を前記溶媒に滴下してもよい。

【0050】重合反応に際しては、重合触媒を用いてもよい。かかる重合触媒としては、たとえば2, 2'-アゾビスイソプロチロニトリル、2, 2'-アゾビス(4-メトキシ-2, 4-ジメチルバレロニトリル)、ジメチル-2, 2'-アゾビスイソプロチレート、2, 2'-アゾビス(2, 4-ジメチルバレロニトリル)などのアゾ系化合物；*t*-ブチルパーオキシビバレート、*t*-ブチルパーオキシ-2-エチルヘキサノエートなどのパーオキシエステル系化合物などがあげられ、これらの重合触媒は単独でまたは2種以上を混合して用いられる。前記重合触媒の使用量は、前記共重合成分100重量部に対して0.05~3重量部、なかんづく0.1~1重量部であることが好ましい。

【0051】重合反応に要する時間は、通常5時間以上である。なお、重合反応は、残存している共重合成分の総量が重合反応を開始させる前の共重合成分の総量の10重量%以下になった時点で任意に終了することができる。

【0052】なお、残存している共重合成分の総量は、塩素、臭素、ヨウ素、一塩化ヨウ素などを共重合成分の炭素-炭素二重結合の部位に付加させ、二重結合含量を測定することによって決定することができる。

【0053】前記非水系溶媒中で重合反応を行なった際には、重合反応の進行に伴って、生成した共重合体が反応溶液中から析出し、たとえば粉末状などの固体の生成物がえられる。該固形の生成物は、濾過器などを用いて単離させたのち、常圧、減圧または真空中で乾燥させることによって、前記固形の生成物から溶媒を除去することができる。

【0054】かくして本発明のゲル基剤がえられるが、該ゲル基剤は、粉碎機などを用いて粉碎し、微細な粉末にすることができる。

【0055】また、前記ゲル基剤は、粉末の状態で、または水もしくは水を主成分とする混合溶媒に分散させて水性ゲルとしたのち、必要によりセット樹脂などを添加して、セッティングジェルなどの整髪料などに好適に用いられる。

【0056】前記水を主成分とする混合溶媒は、水と、たとえばメタノール、エタノール、イソプロパノールなどのアルコール；アセトン、メチルエチルケトンなどのケトンなどを混合させたものである。前記混合溶媒中の水の割合は、とくに限定はないが、ゲル基剤を中和剤

などで中和させた際に濁りが発生したり、中和塩が析出したりすることがないようにするためには20~100重量%程度となるように調整されることが好ましい。

【0057】前記分散体中のゲル基剤の割合は、たとえばローション、ジェルなどの、用いられる化粧料の形態によって異なるので一概には決定することができないが、通常0.1~5重量%程度となるように調整されることが好ましい。

【0058】本発明のゲル基剤を用いて整髪料を調製するばあいには、セット樹脂として、たとえばユカフォーマAM75(三菱油化(株)製)で代表されるジアルキルアミノエチルアクリレート、ジアルキルアミノエチルメタクリレート、ダイアセトンアクリルアミドなどとアクリル酸、メタクリル酸、アクリル酸アルキルエステル、メタクリル酸アルキルエステルなどを共重合させ、ハロゲン化酢酸で両性化させた化合物やアンフォーマ(ナショナルスターチ(National Starch)社製)で代表されるアクリル酸ヒドロキシプロピル、メタクリル酸ブチルアミノエチル、アクリル酸オクチルアミド共重合体などの両性高分子化合物；アニセツ KB-1000、KB-100H、B-1015、HS-3000(以上、大阪有機化学工業(株)製)、プラスサイズL-33およびL-53(以上、互応化学工業(株)製)で代表されるアクリル酸および/またはメタクリル酸と、アクリル酸アルキルエステルおよび/またはメタクリル酸アルキルエステルとの共重合体であるアクリル樹脂アルカノールアミン、BEM-42S、WEM-22S(以上、大阪有機化学工業(株)製)、ガントレッツES-425、ES-225およびES-33(以上、アイエスピー社製)で代表されるメチルビニルエーテルとマレイン酸モノアルキルエステルとの共重合体、レジン28-1310、レジン28-2930(以上、ナショナルスターチ社製)およびルビセツ CE5055(油化バーディッシュ(株)製)で代表される酢酸ビニルとクロトン酸との共重合体、ウルトラホールド8(チバガイギー社製)で代表されるアクリル酸とアクリル酸アルキルエステルとN-アルキルアクリルアミドとの共重合体、カルボキシルメチルセルロース、カルボキシビニルポリマー、キサンタンガム、カラギーナン、アルギン酸ナトリウム、アラビアガム、ベクチンなどの陰イオン性高分子化合物；PVP/VA(アイエスピー社製)、ルビスコールVA(油化バーディッシュ(株)製)およびPVA6450(大阪有機化学工業(株)製)で代表されるビニルピロリドンと酢酸ビニルとの共重合体、PVPK(アイエスピー社製)およびルビスコールK(油化バーディッシュ(株)製)で代表されるポリビニルピロリドン、ルビフレックスD4101(油化バーディッシュ(株)製)、ポリビニルアルコール、ヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、ヒドロキシプロピルメチルセルロース、

メチルセルロース、エチルセルロース、デキストリン、ガラクトサン、プルランなどの非イオン性高分子化合物などがあげられ、これらのセット樹脂は単独または2種以上を混合して用いられる。

【0059】整髪料中の前記セット樹脂の割合は、あまりにも少ないばあいには、毛髪などのセット後の保持力が低下する傾向があるので、セット樹脂の固形分含量が1重量%以上、なかんづく2重量%以上となるように調整されることが好ましく、またあまりにも多いばあいには、たとえばローションやジェルなどを調製したばあいに、濁りが多く発生したり、粘度が低下することがあり、また使用感に劣るようになる傾向があるので、セット樹脂の固形分含量が10重量%以下、なかんづく7重量%以下となるように調整されることが好ましい。

【0060】本発明のゲル基剤は、整髪料などをうる際に好適に用いられるものであるが、その際には、前記ゲル基剤やセット樹脂のほかに一般に整髪料などに用いられている界面活性剤、保湿剤、pH調整剤、防腐剤、シリコーン、酸化防止剤、紫外線吸収剤、顔料、増粘剤などの整髪料成分を適量配合することができる。

【0061】これらの整髪料成分の各配合量は、目的とする整髪料の用途などによって異なるため、一概には決定することができず、用途に応じて適宜調整されることが好ましい。

【0062】なお、前記ゲル基剤を用いて整髪料をうるばあいには、たとえば前記ゲル基剤の分散体を調製したのち、塩基性中和剤を用いて前記ゲル基剤を中和させてもよい。

【0063】前記塩基性中和剤の代表例としては、たとえば水酸化ナトリウム、水酸化カリウムなどのアルカリ金属化合物、トリエタノールアミン、2-アミノ-2-エチル-1-プロパノールアミンなどのアミンなどがあげられる。

【0064】前記ゲル基剤を中和させるばあい、ゲル基剤中のカルボキシル基の中和率は、あまりにも小さいばあいには、えられる水性ゲルを十分に増粘させることができなくなったり、水性ゲルに濁りが生じたりするようになる傾向があるので、20モル%以上、好ましくは30モル%以上、さらに好ましくは40モル%以上となるように調整されることが望ましく、また、あまりにも大きいばあいには、pHが高くなりすぎ、毛髪や皮膚を刺激する恐れがあるため、100モル%以下、好ましくは95モル%以下、さらに好ましくは90モル%以下となるように調整されることが望ましい。

【0065】つぎに本発明のゲル基剤を実施例に基づいてさらに詳細に説明するが、本発明はかかる実施例のみに限定されるものではない。

【0066】実施例1

攪拌器、コンデンサー、チッ素導入管および重合開始剤の投入口を備えた反応容器に、メタクリル酸60重量

部、N-ビニルピロリドン32重量部、トリプロピレングリコールジアクリレート6重量部、ステアリルアクリレート2重量部および酢酸エチル733重量部を加えたのち、反応容器内をチッ素ガスで満たした。

【0067】つぎに、前記反応容器を約80℃の油浴中で加熱しながら、反応容器内の反応溶液の還流がはじまる直前に2, 2'-アソビスイソブチロニトリル0.2重量部を加えて重合反応を開始させた。重合反応開始から数分間経過後、反応溶液中に白色の沈殿物が析出しはじめ、重合反応開始から30分間経過後、反応溶液は白色のスラリーとなった。重合反応中、重合反応が滞ることのないように攪拌を行なった。重合反応を5時間行ない、えられた反応溶液を冷却した。冷却した反応溶液から白色の析出物を分けとり、かかる析出物を減圧下で乾燥させた。

【0068】乾燥させた析出物を粉碎し、ゲル基剤をえた。

【0069】えられたゲル基剤1重量部を、蒸留水79重量部およびエタノール20重量部の混合溶媒中に分散させ、ついで混合溶液中にエタノールアミンを加えてpHを7に調整してジェルをえた。

【0070】えられたジェルの物性として粘度、手ざわり、外観、光沢およびフレーキングを以下に示す方法にしたがって調べた。その結果を表2に示す。

【0071】(イ) 粘度

えられたジェルの粘度をブルックフィールドBH型粘度計(株)東京計器製を用いて温度25℃、ローター4番、回転数20rpmの条件で測定した。

【0072】(ロ) 手ざわり

えられたジェルをてのひらに2ml程度とり、指ですり合わせるようにして手ざわりを調べ、以下の基準にしたがって評価を行なった。

【0073】(評価基準)

A: なめらかで軽い手ざわり
B: ややざらついた手ざわり
C: ざらついた手ざわり

(ハ) 外観

えられたジェルの透明感を、えられたジェルを直径3cmの円筒状の容器に入れ、脱泡させたのちに目視により観察し、以下の基準にしたがって評価を行なった。

【0074】(評価基準)

A: 透明である。
【0075】B: わずかに青白いが、透明である。
【0076】C: わずかな濁りが認められる。
【0077】D: 濁りが認められ不透明である。

【0078】(ニ) 光沢

えられたジェルをスライドガラス上に薄く塗布し、風乾させたのち、形成されたフィルムを目視により観察し、以下の基準にしたがって評価を行なった。

【0079】(評価基準)

13

- A: 艶のある透明なフィルム
 B: 艶のあるフィルム
 C: わずかに艶のあるフィルム
 D: 艶のないフィルム
 (ホ) フレーキング

えられたジェル3gを長さ25cmの毛髪2gの束に均一に塗布し、過剰なジェルを軽くふき取りながら束ね直し、風通しのよい場所で6時間乾燥させた。このようにしてえられた毛髪の束を軽くもみほぐし、ほぐした部分を目視で観察し、以下の基準にしたがって評価を行なった。

【0080】(評価基準)

A: 自然な風合を保っている。

【0081】B: フィルムの裂け目が認められる。

【0082】C: フィルムの裂け目が目立つ。

【0083】D: フィルムが剥がれ、フケ状になっている。

【0084】実施例2~19および比較例1~3

表1に示す配合割合で原料を用いて、実施例1と同様にしてゲル基剤をえた。

【0085】つぎに、えられたゲル基剤を用いて、実施例1と同様にしてジェルを調製し、その物性を調べた。その結果を表2に示す。

【0086】なお、表1中の各略号は以下のことを意味する。

14

【0087】

MA	メタクリル酸
AA	アクリル酸
NVP	N-ビニルピロリドン
TPGDA	トリプロピレングリコールジアクリレート
HHPA	ヘキサヒドロフタル酸ジアリル
TEOV	トリエチレングリコールジビニルエーテル
STA	ステアリルアクリレート
NOAAm	N-t-オクチルアクリルアミド
DAAm	ジアセトンアクリルアミド
LA	ラウリルアクリレート
TBAAm	t-ブチルアクリルアミド
HPA	ヒドロキシプロピルアクリレート
AMP-6OG	フェノキシポリエチレングリコール(n=6)アクリレート
AcOEt	酢酸エチル
c-Hex	シクロヘキサン
EtOH	エタノール
AIBN	2, 2'-アゾビスイソブチロニトリル

【0088】

【表1】

表 1

実施例 番号	共重合成分の組成 (重量部)				溶媒 (重量部)	重合触媒 (重量部)
	カルボキシル 基含有モノ マー (A)	ラクタム モノマー (B)	架橋性 モノマー (C)	(メタ)アクリル 酸誘導体モノ マー (D)		
1	MA (60)	NVP (32)	TPGDA (6)	STA (2)	AcOEt (733)	AIBN (0.2)
2	MA (50)	NVP (42)	TPGDA (6)	STA (2)	AcOEt (733)	AIBN (0.2)
3	AA (10) MA (40)	NVP (33)	TPGDA (5)	NOAAm (10) STA (2)	AcOEt (733)	AIBN (0.2)
4	AA (10) MA (40)	NVP (33)	HHPA (7)	DAAm (7) STA (3)	c-Hex (547) EtOH (29)	AIBN (0.2)
5	AA (60)	NVP (20)	HHPA (7)	NOAAm (13)	c-Hex (547) EtOH (29)	AIBN (0.2)
6	AA (43)	NVP (43)	HHPA (7)	NOAAm (7)	AcOEt (733)	AIBN (0.2)
7	AA (44)	NVP (43)	HHPA (3)	NOAAm (10)	AcOEt (733)	AIBN (0.2)
8	AA (50)	NVP (33)	HHPA (4)	NOAAm (11) LA (2)	AcOEt (733)	AIBN (0.2)
9	AA (50)	NVP (33)	HHPA (4)	NOAAm (11) STA (2)	AcOEt (733)	AIBN (0.2)
10	AA (50)	NVP (33)	TEOV (3)	NOAAm (12) STA (2)	AcOEt (733)	AIBN (0.2)
11	AA (50)	NVP (24)	TEOV (3)	NOAAm (23)	AcOEt (733)	AIBN (0.2)
12	AA (27)	NVP (56)	HHPA (7)	NOAAm (10)	c-Hex (547) EtOH (29)	AIBN (0.2)
13	AA (50)	NVP (15)	TEOV (3)	NOAAm (32)	AcOEt (733)	AIBN (0.2)
14	AA (50)	NVP (15)	TEOV (3)	NOAAm (30) STA (2)	AcOEt (733)	AIBN (0.2)
15	AA (50)	NVP (15)	TEOV (3)	TBAAm (32)	AcOEt (733)	AIBN (0.2)
16	AA (50)	NVP (15)	TEOV (3)	DAAm (32)	AcOEt (733)	AIBN (0.2)
17	AA (50)	NVP (13)	TEOV (5)	NOAAm (32)	AcOEt (733)	AIBN (0.2)
18	AA (50)	NVP (31)	TEOV (4)	HPA (13) STA (2)	AcOEt (733)	AIBN (0.2)
19	AA (35)	NVP (35)	HHPA (5)	AMP-60G (25)	AcOEt (733)	AIBN (0.2)
比較例 1	AA (33)	NVP (60)	HHPA (7)	—	AcOEt (733)	AIBN (0.2)
2	AA (50)	—	TEOV (3)	NOAAm (47)	AcOEt (733)	AIBN (0.2)
3	AA (97)	—	TPGDA (3)	—	AcOEt (733)	AIBN (0.2)

【0089】

40 【表2】

表 2

実施例 番号	ジェルの物性				
	粘度 (cP)	手ざわり	外観	光沢	フレーキング
1	7230	A	A	A	A
2	8520	A	A	A	A
3	6210	A	A	A	A
4	4000	A	B	A	A
5	7940	A	B	A	A
6	28810	A	A	A	A
7	9080	A	A	A	A
8	12280	A	A	A	A
9	12830	A	A	A	A
10	5980	A	A	A	A
11	4080	A	A	A	A
12	8370	A	B	A	A
13	2550	A	A	A	A
14	2770	A	A	A	A
15	4510	A	A	A	A
16	6470	A	A	A	A
17	2880	A	B	A	A
18	5840	A	A	A	A
19	6230	A	A	A	A
比較例 1	32070	A	D	A	A
2	2340	B	A	A	C
3	42040	A	A	C	C

【0090】表2に示された結果から、実施例1～19でえられたジェルは、比較例1～3でえられたジェルと対比して、25℃における粘度が2500～30000 cPという適度な粘度を有し、手ざわり、外観および光沢に同時にすぐれ、しかもフレーキングを発生しないものであることがわかる。

【0091】処方例1～6および比較処方例1～4、実施例2、実施例5、実施例9、比較例2および比較例3でえられたゲル基剤を表3に示す量の蒸留水およびエタノールと混合し、さらにトリエタノールアミンを用いてpHを7に調整した。

【0092】セット樹脂として、ノニオン系セット樹脂（N-ビニルピロリドン-酢酸ビニル共重合体を50重量%含有するエタノール溶液：大阪有機化学工業（株）製、商品名 PVA-6450）またはアニオン系セット樹脂（アクリル酸アルキル-アクリル酸共重合体：大阪有機化学工業（株）製、商品名 アニセットB-1015）を表3に示す量だけ添加し、プロペラ翼を備えた攪拌機で均一なジェルになるまで攪拌を行ない、毛髪用のセッティングジェルをえた。

【0093】えられたセッティングジェルを用いて、市販のセッティングジェルの使用経験がある男性10名を対象にその使用感（ベタツキ、セット性およびフレーキング）について、以下の評価基準にしたがってモニターテストを行なった。その結果を表3に示す。

【0094】（イ）ベタツキ

えられたセッティングジェルの適量（10ml程度）を手に取り、毛髪へ塗布したとき、および塗布したのちの手のベタツキ感を以下の評価基準にしたがって評価を行なった。

【0095】（評価基準）

A：10名中、8名以上がベタツキがなく、良好であると回答。

【0096】B：10名中、6名ないし7名がベタツキがなく、良好であると回答。

【0097】C：10名中、4名ないし5名がベタツキがなく、良好であると回答。

【0098】D：10名中、3名以下がベタツキがなく、良好であると回答。

50 【0099】（ロ）セット性

えられたセッティングジェルの毛髪に対するセットのしやすさ、および仕上がり具合を以下の評価基準にしたがって評価を行なった。

【0100】(評価基準)

A: 10名中、8名以上がセットがしやすく、仕上がりが良好であると回答。

【0101】B: 10名中、6名ないし7名がセットがしやすく、仕上がりが良好であると回答。

【0102】C: 10名中、4名ないし5名がセットがしやすく、仕上がりが良好であると回答。

【0103】D: 10名中、3名以下がセットがしやすく、仕上がりが良好であると回答。

【0104】(ハ) フレーキング

* 【表3】

表 3

*えられたセッティングジェルを毛髪へ塗布し、乾燥させたのちに軽くくしをとおり、フレーキングの様子を以下の評価基準にしたがって評価を行なった。

【0105】(評価基準)

A: 10名中、8名以上がフレーキングがないと回答。

【0106】B: 10名中、6名ないし7名がフレーキングがないと回答。

【0107】C: 10名中、4名ないし5名がフレーキングがないと回答。

10 【0108】D: 10名中、3名以下がフレーキングがないと回答。

【0109】

処方例 番号	セッティングジェルの組成 (重量部)				セッティングジェルの使用感		
	ゲル基剤	蒸留水	エタノール	セット樹脂	ベタツキ	セット性	フレーキング
1	実施例2でえられたもの (1)	(75)	(20)	PVA - 6450 (4)	A	A	A
2	実施例2でえられたもの (1)	(74)	(20)	アニセツト B-1015 (5)	A	A	A
3	実施例5でえられたもの (1)	(75)	(20)	PVA - 6450 (4)	A	A	A
4	実施例5でえられたもの (1)	(74)	(20)	アニセツト B-1015 (5)	A	A	A
5	実施例9でえられたもの (1)	(75)	(20)	PVA - 6450 (4)	A	A	A
6	実施例9でえられたもの (1)	(74)	(20)	アニセツト B-1015 (5)	A	A	A
比較処方例 1	比較例2でえられたもの (1)	(75)	(20)	PVA - 6450 (4)	B	C	C
2	比較例2でえられたもの (1)	(74)	(20)	アニセツト B-1015 (5)	B	B	C
3	比較例3でえられたもの (1)	(75)	(20)	PVA - 6450 (4)	B	C	D
4	比較例3でえられたもの (1)	(74)	(20)	アニセツト B-1015 (5)	B	B	C

【0110】表3に示された結果から、本発明のゲル基剤が用いられた処方例1～6でえられたセッティングジェルは、ベタツキおよびセット性に同時にすぐれ、しかもフレーキングを発生しないものであることがわかる。

【0111】

【発明の効果】本発明のゲル基剤は、乾燥前にベタツキを起こさず、乾燥後に形成されたフィルムがフレーキングを起こさないというすぐれた性質を有する整髪料などをうることができるというすぐれた効果を奏するものである。

【0112】また、本発明のゲル基剤は、手ざわりがなめらかであることはもちろんのこと、セットが行ないやすく、セットの仕上がりにつき、しかも乾燥後に形成されたフィルムが光沢にすぐれ、濁りがないという種々の性質にすぐれた整髪料などをうることができるというすぐれた効果を奏する。

【0113】さらに、本発明のゲル基剤は、カルボキシル基含有モノマーが用いられているので、水性ゲルに対して2500～30000cP (25℃) という適度な粘度を付与するというすぐれた効果を奏する。

フロントページの続き

(51)Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 F 220/56	MNC		C 0 8 F 220/56	MNC
226/06	MNL		226/06	MNL
C 0 9 K 3/00	1 0 3		C 0 9 K 3/00	1 0 3 L